

LUMINESCENT ELEMENT AND IRIIDIUM COMPLEX**Publication number:** JP2002117978 (A)**Publication date:** 2002-04-19**Inventor(s):** IGARASHI TATSUYA; ISE TOSHIHIRO; MIYASHITA YOSUKE; FUJIMURA HIDETOSHI; OKADA HISASHI; MISHIMA MASAYUKI; KYU SETSUHO**Applicant(s):** FUJI PHOTO FILM CO LTD**Classification:**

- international: H01L51/50; C07D213/61; C07F15/00; C09K11/06; H05B33/10; H05B33/14; H01L51/50; C07D213/00; C07F15/00; C09K11/06; H05B33/10; H05B33/14; (IPC1-7): C07F15/00; H05B33/14; C07D213/61; C09K11/06; H05B33/10

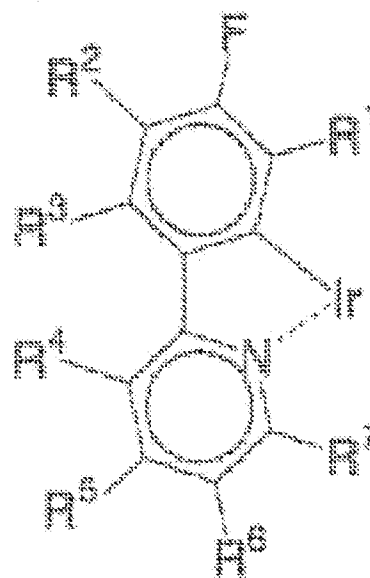
- European:

Application number: JP20010189539 20010622**Priority number(s):** JP20010189539 20010622; JP20000216338 20000717**Abstract of JP 2002117978 (A)**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a luminescent element capable of emitting high-luminance blue luminescence over a long period and having an excellent luminescence characteristic and provide an iridium complex allowing it.

SOLUTION: This luminescent element has characteristics including the external quantum efficiency of 5% or above and the luminescence maximum wavelength λ_{max} of 500 nm or below. At least one of the layers of the luminescent element having a luminescent layer or a plurality of organic compound layers including the luminescent layer between a pair of electrodes includes at least one of the compounds having the partial structure expressed by the general formula K-0, wherein, R1-R7 independently indicate a hydrogen atom or a substitutional group, R3 is not the hydrogen atom when R2 is a fluorine atom.

—般式 K — 0



.....
Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-117978

(P2002-117978A)

(43) 公開日 平成14年4月19日 (2002. 4. 19)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード* (参考)
H 0 5 B 33/14		H 0 5 B 33/14	B 3 K 0 0 7
C 0 7 D 213/61		C 0 7 D 213/61	4 C 0 5 5
C 0 9 K 11/06	6 6 0	C 0 9 K 11/06	6 6 0 4 H 0 5 0
H 0 5 B 33/10		H 0 5 B 33/10	
// C 0 7 F 15/00		C 0 7 F 15/00	E
審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 17 頁)			

(21) 出願番号 特願2001-189539(P2001-189539)

(22) 出願日 平成13年6月22日 (2001. 6. 22)

(31) 優先権主張番号 特願2000-216338(P2000-216338)

(32) 優先日 平成12年7月17日 (2000. 7. 17)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社

神奈川県南足柄市中沼210番地

(72) 発明者 五十嵐 達也

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真

フイルム株式会社内

(72) 発明者 伊勢 俊大

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真

フイルム株式会社内

(74) 代理人 100079049

弁理士 中島 淳 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 発光素子及びイリジウム錯体

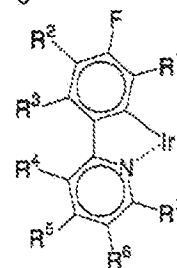
(57) 【要約】

【課題】 高輝度の青色発光を長時間発光可能な発光特性に優れた発光素子およびそれを可能とするイリジウム錯体を提供する。

【解決手段】 外部量子効率が5%以上で、且つ発光極大波長 λ_{max} が500nm以下の特性を有する発光素子である。また、一対の電極間に、発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物層を有する発光素子において、これらの層の少なくとも一層に、下記一般式K-0で表される部分構造を有する化合物を少なくとも一種含むことを特徴とする発光素子である。一般式K-0中、 $R^1 \sim R^7$ は各々独立に、水素原子または置換基を表す。但し、 R^7 がフッ素原子の場合は、 R^7 は水素原子であることはない。

【化1】

一般式K-0



【特許請求の範囲】

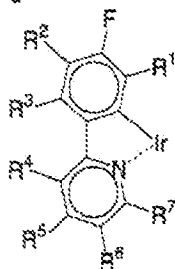
【請求項1】 外部量子効率が5%以上で、且つ発光極大波長 λ_{max} が500nm以下の特性を有することを特徴とする発光素子。

【請求項2】 20℃におけるりん光量子収率が70%以上で、且つりん光の発光極大波長 λ_{max} が500nm以下である発光材料を含有することを特徴とする発光素子。

【請求項3】 一対の電極間に、発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物層を有する発光素子において、これらの層の少なくとも一層に、下記一般式K-0で表される部分構造を有する化合物を少なくとも一種含むことを特徴とする発光素子。

1999

- 陸 五 - 〇

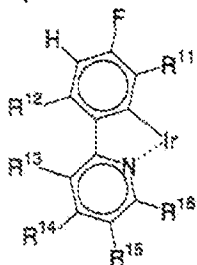


(一般式K—O中、 $R^1 \sim R^7$ は各々独立に、水素原子または置換基を表す。但し、 R^7 がフッ素原子の場合は、 R^7 は水素原子であることはない。)

【請求項4】 前記一般式K-0で表される部分構造を有する化合物が、下記一般式K-1で表される部分構造を有する化合物である請求項3に記載の発光素子。

1421

- 834 -

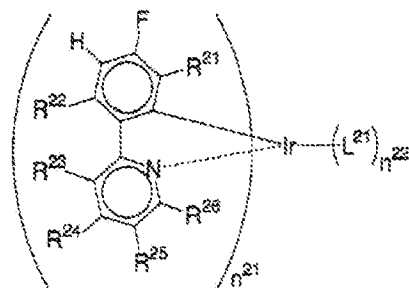


(一般式K-1中、 $R^{11} \sim R^{15}$ は各々独立に、水素原子または置換基を表す。)

【請求項5】 下記一般式K-IIで表されることを特徴とするイリジウム錯体、

150

- 33 -

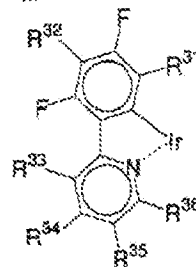


(一般式K-II中、 $R^{21} \sim R^{26}$ は各々独立に、水素原子または置換基を表す。 L^{21} は配位子を表す。 n^{21} は1~3の整数を表し、 n^{22} は0~4の整数を表す。)

【請求項6】 前記一般式K-Iで表される部分構造を有する化合物が、下記一般式K-IIで表される部分構造を有する化合物である請求項3に記載の発光素子。

104

一、試K-III

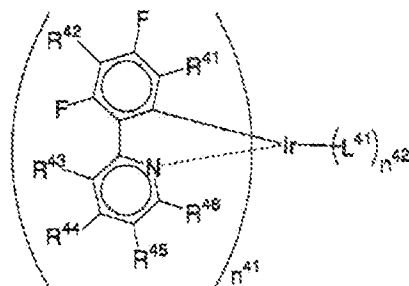


(一般式K-III中、 $R^{31} \sim R^{36}$ は各々独立に、水素原子または置換基を表す。)

【請求項7】 下記一般式K-IVで表されることを特徴とするイリジウム錯体。

11451

一般式K-V



(一般式K-IV中、 $R^{11} \sim R^{16}$ は各々独立に、水素原子または置換基を表す。 L^{11} は配位子を表す。 n^{11} は1~3の整数を表し、 n^{12} は0~4の整数を表す。

【請求項 8】 前記一般式 K-0 で表される部分構造を有する化合物、前記一般式 K-1 で表される部分構造を有する化合物、前記一般式 K-II で表されるイリジウム錯体、前記一般式 K-III で表される部分構造を有する化合物、及び前記一般式 K-IV で表されるイリジウム錯体の少なくとも一種を含有する請求項 1 に記載の発光素子。

【請求項9】 前記20℃におけるりん光量子収率が70%以上で、且つりん光の発光極大波長 λ_{max} が500nm以下である発光材料が、前記一般式K-0で表される部分構造を有する化合物、前記一般式K-Iで表される部分構造を有する化合物、前記一般式K-IIで表されるイリジウム錯体、前記一般式K-IIIで表される部分構造を有する化合物、及び前記一般式K-IVで表されるイリジウム錯体の少なくとも一種である請求項2に記載の発光素子。

【請求項10】 前記発光材料を含有する層が、塗布プロセスで成膜されている請求項2又は9に記載の発光素子。

【請求項11】 前記一般式K-0で表される部分構造を有する化合物を含有する層が、塗布プロセスで成膜されている請求項3、4、6及び8のいずれかに記載の発光素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、新規なイリジウム錯体およびこれを利用した発光素子に関し、特に詳細には、表示素子、ディスプレイ、バックライト、電子写真、照明光源、記録光源、露光光源、読み取り光源、標識、看板、インテリア、光通信等の分野に好適に使用可能な新規なイリジウム錯体およびこれを利用した発光素子に関する。

【0002】

【従来の技術】今日、種々の表示素子に関する研究開発が活発であり、中でも有機電界発光(EL)素子は、低電圧で高輝度の発光を得ることができるため、有望な表示素子として注目されている。例えば、有機化合物の蒸着により有機薄膜を形成する発光素子が知られている

(アプライド フィジックス レターズ、51巻、913頁、1987年)。前記文献に記載の発光素子は、トリス(8-ヒドロキシキノリナト)アルミニウム錯体

(Alq)を電子輸送材料として用い、該電子輸送材料を含有する層と、正孔輸送材料(アミン化合物)を含有する層とを積層した構成であり、従来の単層型素子と比較して発光特性を大幅に向上させることが可能である。近年、有機EL素子をカラーディスプレイおよび白色光源へ適用することが活発に検討されている。有機EL素子を前記用途に供するには、青・緑・赤の各々に発光可能な発光素子それぞれについて、輝度および発光寿命等の発光特性を向上させる必要がある。

【0003】ところで、発光特性が改善された発光素子として、オルトメタル化イリジウム錯体(Ir(ppy)₃: Tri-Ortho-Metalated Complex of Iridium(III) with 2-Phenylpyridine)からの発光を利用した発光素子が報告されている(Applied Physics Letters, 75, 4(1999))。従来、発光素子はその外部量子効率については、5%が限界であるといわれていたが、前記文献に記

載の発光素子は外部量子効率8%を達し、従来の限界を超えるものである。しかし、前記発光素子から得られる発光は、緑色発光に限られる為、ディスプレイとしての適用範囲は狭い。他色についても発光特性が改善された発光素子が提供できれば、ディスプレイとしての適用範囲も拡大されるので、他色の発光素子についても発光特性の改善が望まれている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】ここで、青色発光素子に着目してみると、DPVB1(4, 4'-ビス(2, 2'-ジフェニルビニル)-ビフェニル)などに代表されるジスチルアリレン誘導体及びその類縁体を用いた発光素子等が多数報告されている。しかし、青色発光素子については、外部量子効率5%を超える素子は未だ報告されていないのが実状である。青色発光についても、外部量子効率が5%を超える発光素子が提供できれば、高効率有機EL素子のカラー化、及び白色化が可能となり、用途拡大へ大きく前進する。また、表示素子に利用した場合に、発光の消費電力を大幅に下げることができるとともに、面積積化および長時間使用が可能となる。

【0005】本発明は、前記諸問題に鑑みなされたものであって、発光時の消費エネルギーを軽減できるとともに、高輝度の青色発光を長時間発光可能な発光特性に優れた発光素子を提供することを課題とする。また、本発明は、長期間にわたって高輝度の青色発光を示す発光特性に優れたイリジウム錯体およびこれを利用した発光素子を提供することを課題とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するための手段は以下の通りである。即ち、

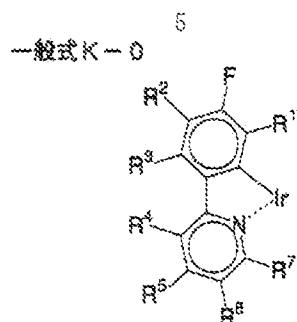
<1> 外部量子効率が5%以上で、且つ発光極大波長 λ_{max} が500nm以下の特性を有することを特徴とする発光素子である。

<2> 20℃におけるりん光量子収率が70%以上で、且つりん光の発光極大波長 λ_{max} が500nm以下である発光材料を含有することを特徴とする発光素子である。

<3> 一対の電極間に、発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物層を有する発光素子において、これらの層の少なくとも一層に、下記一般式K-0で表される部分構造を有する化合物を少なくとも一種含むことを特徴とする発光素子である。

【0007】

【化6】

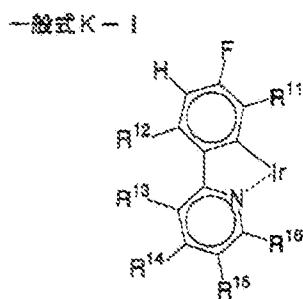


【0008】（一般式K-0中、 $R^1 \sim R^8$ は各々独立に、水素原子または置換基を表す。但し、 R^2 がフッ素原子の場合は、 R^2 は水素原子であることはない。）

<4> 前記一般式K-0で表される部分構造を有する化合物が、下記一般式K-Iで表される部分構造を有する化合物である前記<3>に記載の発光素子である。

【0009】

【化7】



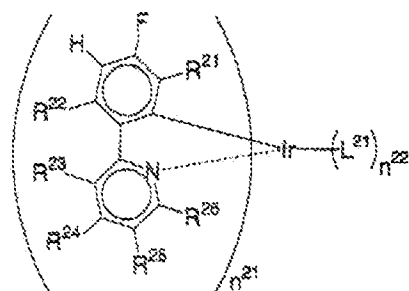
【0010】（一般式K-I中、 $R^9 \sim R^{16}$ は各々独立に、水素原子または置換基を表す。）

<5> 下記一般式K-IIで表されることを特徴とするイリジウム錯体である。

【0011】

【化8】

一般式K-II

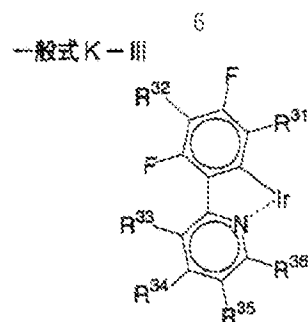


【0012】（一般式K-II中、 $R^{17} \sim R^{24}$ は各々独立に、水素原子または置換基を表す。 L^{21} は配位子を表す。 n^{21} は1~3の整数を表し、 n^{22} は0~4の整数を表す。）

<6> 前記一般式K-0で表される部分構造を有する化合物が、下記一般式K-IIIで表される部分構造を有する化合物である前記<3>に記載の発光素子である。

【0013】

【化9】



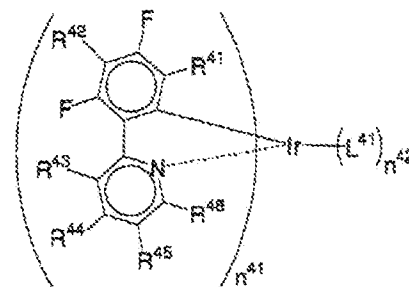
【0014】（一般式K-III中、 $R^{25} \sim R^{32}$ は各々独立に、水素原子または置換基を表す。）

<7> 下記一般式K-IVで表されることを特徴とするイリジウム錯体である。

【0015】

【化10】

一般式K-IV



【0016】（一般式K-IV中、 $R^{33} \sim R^{40}$ は各々独立に、水素原子または置換基を表す。 L^{41} は配位子を表す。 n^{41} は1~3の整数を表し、 n^{42} は0~4の整数を表す。）

<8> 前記一般式K-0で表される部分構造を有する化合物、前記一般式K-Iで表される部分構造を有する化合物、前記一般式K-IIで表されるイリジウム錯体、前記一般式K-IIIで表される部分構造を有する化合物、及び前記一般式K-IVで表されるイリジウム錯体の少なくとも一種を含有する前記<1>に記載の発光素子である。

<9> 前記20℃におけるりん光量子収率が70%以上で、且つりん光の発光極大波長 λ_{max} が500nm以下である発光材料が、前記一般式K-0で表される部分構造を有する化合物、前記一般式K-Iで表される部分構造を有する化合物、前記一般式K-IIで表されるイリジウム錯体、前記一般式K-IIIで表される部分構造を有する化合物、及び前記一般式K-IVで表されるイリジウム錯体の少なくとも一種である前記<2>に記載の発光素子である。

<10> 前記発光材料を含有する層が、塗布プロセスで成膜されている前記<2>または<9>のいずれかに記載の発光素子である。

<11> 前記一般式K-0で表される部分構造を有する化合物を含有する層が、塗布プロセスで成膜されている前記<3>、<4>、<6>及び<8>のいずれかに

記載の発光素子である。

【0017】

【発明の実施の形態】本発明の発光素子は、外部量子効率5%以上の高い発光効率で、発光極大波長 λ_{\max} が500nm以下の青色発光を示すことを特徴とする。従って、本発明の発光素子は発光時の消費エネルギーを軽減できるとともに、高輝度の青色発光を長時間発光可能である。また、特に表示素子に利用した場合には、大面積化が可能となる。尚、ここで、外部量子効率とは、以下の式により算出される値をいう。発光素子の外部量子効率の算出方法としては、発光輝度、発光スペクトル、

比視感度曲線および電流密度から算出する方法と、電流密度および発光された全フォトン数から算出する方法とがある。

外部量子効率(%) = (発光された全フォトン数/発光素子に注入された電子数) × 100

【0018】前記発光素子の外部量子効率は好ましくは7%以上、より好ましくは10%以上である。また、本発明の発光素子は、青色色純度の観点から、発光極大波長 λ_{\max} が好ましくは390nm以上495nm以下であり、より好ましくは400nm以上490nm以下であり、更に好ましくは420nm以上480nm以下である。尚、本発明の発光素子は、発光極大波長が500nm以下であれば青色領域以外の波長域、例えば、紫外領域、緑色領域、赤色領域のいずれかにも発光を有していてもよい。

【0019】前記発光素子は、発光色の青色色純度の観点から、発光のCIE色度値のx値およびy値は小さい程好ましい。具体的には、発光のCIE色度値のx値は0.22以下であるのが好ましく、0.20以下であるのがより好ましい。また、発光のCIE色度値のy値は0.53以下であるのが好ましく、0.50以下であるのがより好ましく、0.40以下であるのが更に好ましい。

【0020】前記発光素子は、青色色純度の観点から、発光スペクトルの半値幅が1nm以上100nm以下であるのが好ましく、5nm以上90nm以下であるのがより好ましく、10nm以上80nm以下であるのがさらに好ましく、20nm以上70nm以下であるのが特に好ましい。

【0021】前記発光素子は、システム、駆動方法、利用形態など特に問わないが、その実施形態としてEL(エレクトロルミネッセンス)素子を挙げることができる。EL素子の一構成例としては、陽極と陰極の一对の電極間に、1以上の発光層を形成した発光素子が挙げられる。その他、前記電極間に発光層の他、正孔注入層、正孔輸送層、電子注入層、電子輸送層および保護層のいずれか1以上を有する発光素子が挙げられる。またこれらの各層が、それぞれ他の機能を備えたものであってもよい。各層の形成にはそれぞれ種々の材料を用いること

ができる。本発明の発光素子は、有機発光素子であることが好ましい。ここで、有機発光素子とは、発光をつかさどる物質が有機化合物であるものを言う。

【0022】前記発光素子には、陰極と発光層との間にイオン化ポテンシャル5.9eV以上(より好ましくは6.0eV以上7.0eV以下)の化合物を含有する層を配置するのが好ましく、イオン化ポテンシャル5.9eV以上の電子輸送層を配置するのがより好ましい。

【0023】前記発光素子には、発光材料として、りん光量子収率の高い材料を用いるのが好ましい。具体的には、20℃でのりん光量子収率が70%以上で、且つりん光の発光極大波長 λ_{\max} が500nm以下の発光材料が好ましく、20℃でのりん光量子収率が80%以上で、且つりん光の発光極大波長 λ_{\max} が490nm以下の発光材料がより好ましく、20℃でのりん光量子収率が85%以上、且つりん光の発光極大波長 λ_{\max} が480nm以下の発光材料がさらに好ましい。

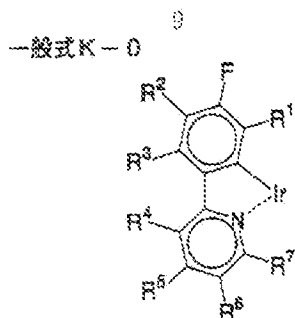
【0024】前記発光材料とは、発光素子の発光層もしくは発光層を含む有機化合物層に含有されて、それ自身が発光する化合物であり、例としては、遷移金属錯体(好ましくはオルトメタル化錯体)が好ましく、中でも、イリジウム錯体および白金錯体がより好ましく、オルトメタル化イリジウム錯体がさらに好ましく、後述する一般式K-0で表される部分構造を有する化合物が特に好ましい。

【0025】ここで、オルトメタル化錯体(orthometalated Complexes)とは、例えば「有機金属化学—基礎と応用—」p150, 232 裳華房社 山本明夫著 1982年発行、「Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds」p71-p77, p135-p146 Springer-Verlag社 H.Yersin著 1987年発行等に記載されている化合物群の総称である。

【0026】前記発光素子は、下記一般式K-0で表される部分構造を有する化合物(以下、「イリジウム化合物」という場合がある)を発光材料として含有するのが好ましく、前記イリジウム化合物の中でも、りん光量子収率およびりん光の発光極大波長 λ_{\max} が前述の範囲である化合物を含有するのが好ましい。以下、下記一般式K-0に関して詳細に説明する。なお、本発明における発光材料は、発光素子の発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物層に含有されることで機能する。

【0027】

【化11】



【0028】 $R^1 \sim R^7$ は各々独立に、水素原子または置換基を表す。但し、 R^1 がフッ素原子の場合は、 R^1 は水素原子であることはな

10 い。置換基としては、後述の一般式K-1における $R^{1'}$ で説明する基が挙げられる。 R^1 は好ましくは水素原子、アルキル基、アリール基、ヘテロアリール基であり、より好ましくは水素原子である。 R^2 は水素原子、アルキル基、アリール基、ヘテロアリール基、フッ素原子であり、より好ましくは水素原子、フッ素原子、アルキル基である。 R^3 は好ましくは水素原子、アルキル基、アリール基、ヘテロアリール基、フッ素原子であり、より好ましくは水素原子、フッ素原子であり、更に好ましくはフッ素原子である。

【0029】 R^4 は好ましくは水素原子、アルキル基、置換または無置換のアミノ基、アルコキシ基であり、より好ましくは水素原子、アルキル基、アルコキシ基であり、更に好ましくは水素原子である。 R^5 、 R^6 及び R^7 は好ましくは水素原子、アルキル基であり、より好ましくは水素原子である。

【0030】前記イリジウム化合物におけるイリジウム原子の個数は、特に限定されるものではないが、3個が好ましい。また、前記イリジウム化合物は、イリジウム原子を1つ含むいわゆる単核錯体であってもよいし、また2つ以上含むいわゆる複核錯体であってもよい。中でも、イリジウム原子を1つ含む単核錯体が好ましい。また、前記イリジウム化合物は、イリジウム以外の他の金属原子を含んでいてもよいが、中心金属がイリジウムのみである化合物が好ましい。

【0031】前記イリジウム化合物は、構造中に種々の配位子を有することができる。前記配位子としては、例えば、「Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds」Springer-Verlag社 H. Yersin 著 1987年発行、「有機金属化学—基礎と応用—」裳華房社 山本明夫 著 1982年発行 等に記載の配位子が挙げられる。前記配位子としては、単座配位子であっても、2座配位子等の多座配位子であってもよい。前記配位子としては、ハロゲン配位子（好ましくは塩素配位子）、含窒素ヘテロ環配位子（例えばフェニルピリジン、ベンゾキノリン、キノリノール、ビピリジル、フェナントロリンなど）、ジケトン配位子、カルボン酸配位子、PF₆配位子が好ましく、ジケトン配位子（アセチルアセトン等）がより好ましい。前記イリジウム化合物に含まれる配位子は、1種類でもよいし、2種類以上で

あってもよい。前記イリジウム化合物中の配位子の種類は、好ましくは1および2種類であり、特に好ましくは1種類である。また、前記イリジウム化合物は、電荷を有さない中性錯体でもよいし、対塩（例えば塩素イオン、PF₆イオン、ClO₄イオン）を有するイオン性錯体であってもよい。中でも、中性錯体が好ましい。

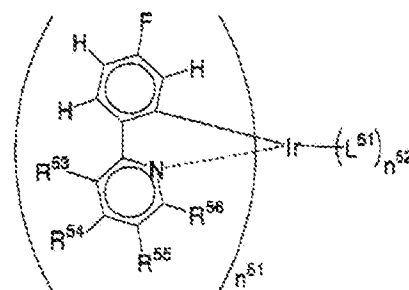
【0032】前記イリジウム化合物に含まれる炭素数は15~100であるのが好ましく、20~70であるのがより好ましく、30~60であるのがさらに好ましい。

【0033】一般式K-Oで表される部分構造を有する化合物の好ましい形態は、一般式K-Iで表される部分構造を有する化合物、または、一般式K-IIIで表される部分構造を有する化合物であり、より好ましい形態は、一般式K-IIIで表される部分構造を有する化合物である。一般式K-Iで表される部分構造を有する化合物は、より好ましくは一般式K-IIで表されるイリジウム錯体であり、より好ましくは一般式K-IVで表されるイリジウム錯体である。一般式K-IIIで表される部分構造を有する化合物は、より好ましくは一般式K-IVで表されるイリジウム錯体であり、より好ましくは一般式K-VIで表されるイリジウム錯体である。

【0034】

【化12】

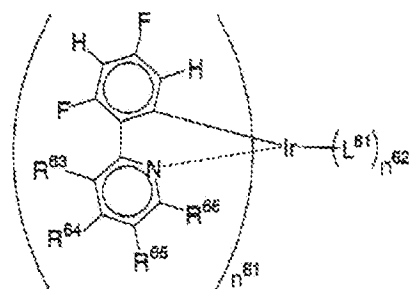
一般式K-V



【0035】

【化13】

一般式K-VI



【0036】次に、一般式K-1について説明する。前記一般式K-1中、 $R^{1'}$ および $R^{2'}$ は各々独立して、水素原子または置換基を表す。置換基としては、例えば、アルキル基（好ましくは炭素数1~30、より好ましく

は炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~10であり、例えばメチル、エチル、i s o -プロピル、ter -ブチル、n -オクチル、n -デシル、n -ヘキサデシル、シクロプロピル、シクロペンチル、シクロヘキシルなどが挙げられる。)、アルケニル基(好ましくは炭素数2~30、より好ましくは炭素数2~20、特に好ましくは炭素数2~10であり、例えばビニル、アリル、2-ブテニル、3-ペンテニルなどが挙げられる。)、アルキニル基(好ましくは炭素数2~30、より好ましくは炭素数2~20、特に好ましくは炭素数2~10であり、例えばプロパルギル、3-ペンチニルなどが挙げられる。)、

【0037】アリール基(好ましくは炭素数6~30、より好ましくは炭素数6~20、特に好ましくは炭素数6~12であり、例えばフェニル、p-メチルフェニル、ナフチル、アントラニルなどが挙げられる。)、アミノ基(好ましくは炭素数0~30、より好ましくは炭素数0~20、特に好ましくは炭素数0~10であり、例えばアミノ、メチルアミノ、ジメチルアミノ、ジエチルアミノ、ジベンジルアミノ、ジフェニルアミノ、ジトリルアミノなどが挙げられる。)、アルコキシ基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~10であり、例えばメトキシ、エトキシ、ブトキシ、2-エチルヘキシロキシなどが挙げられる。)、アリールオキシ基(好ましくは炭素数6~30、より好ましくは炭素数6~20、特に好ましくは炭素数6~12であり、例えばフェニルオキシ、1-ナフチルオキシ、2-ナフチルオキシなどが挙げられる。)、ヘテロアリールオキシ基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばピリジルオキシ、ピラジリルオキシ、ピリミジルオキシ、キノリルオキシなどが挙げられる。)、

【0038】アシル基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばアセチル、ベンゾイル、ホルミル、ピパロイルなどが挙げられる。)、アルコキシカルボニル基(好ましくは炭素数2~30、より好ましくは炭素数2~20、特に好ましくは炭素数2~12であり、例えばメトキシカルボニル、エトキシカルボニルなどが挙げられる。)、アリールオキシカルボニル基(好ましくは炭素数7~30、より好ましくは炭素数7~20、特に好ましくは炭素数7~12であり、例えばフェニルオキシカルボニルなどが挙げられる。)、アシルオキシ基(好ましくは炭素数2~30、より好ましくは炭素数2~20、特に好ましくは炭素数2~10であり、例えばアセトキシ、ベンゾイルオキシなどが挙げられる。)、アシルアミノ基(好ましくは炭素数2~30、より好ましくは炭素数2~20、特に好ましくは炭素数2~10であり、例えばアセチルアミノ、ベンゾイルア

ミノなどが挙げられる。)、

【0039】アルコキシカルボニルアミノ基(好ましくは炭素数2~30、より好ましくは炭素数2~20、特に好ましくは炭素数2~12であり、例えばメトキシカルボニルアミノなどが挙げられる。)、アリールオキシカルボニルアミノ基(好ましくは炭素数7~30、より好ましくは炭素数7~20、特に好ましくは炭素数7~12であり、例えばフェニルオキシカルボニルアミノなどが挙げられる。)、スルホニルアミノ基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばメタンスルホニルアミノ、ベンゼンスルホニルアミノなどが挙げられる。)、スルファモイル基(好ましくは炭素数0~30、より好ましくは炭素数0~20、特に好ましくは炭素数0~12であり、例えばスルファモイル、メチルスルファモイル、ジメチルスルファモイル、フェニルスルファモイルなどが挙げられる。)、カルバモイル基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばカルバモイル、メチルカルバモイル、ジエチルカルバモイル、フェニルカルバモイルなどが挙げられる。)、アルキルチオ基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばメチルチオ、エチルチオなどが挙げられる。)、アリールチオ基(好ましくは炭素数6~30、より好ましくは炭素数6~20、特に好ましくは炭素数6~12であり、例えばフェニルチオなどが挙げられる。)、

【0040】ヘテロアリールチオ基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばピリジルチオ、2-ベンズイミゾリルチオ、2-ベンズオキサゾリルチオ、2-ベンズチアゾリルチオなどが挙げられる。)、スルホニル基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばメシル、トシルなどが挙げられる。)、スルフィニル基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばメタンスルフィニル、ベンゼンスルフィニルなどが挙げられる。)、ウレイド基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばウレイド、メチルウレイド、フェニルウレイドなどが挙げられる。)、リン酸アミド基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばジエチルリン酸アミド、フェニルリン酸アミドなどが挙げられる。)、

【0041】ヒドロキシ基、メルカプト基、ハロゲン原子(例えばフッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子)、シアノ基、スルホ基、カルボキシ基、ニトロ

基、ヒドロキシム酸基、スルフィノ基、ヒドラジノ基、イミノ基、ヘテロ環基（脂肪族ヘテロ環基、ヘテロアリール基が挙げられ、好ましくは炭素数1～30、より好ましくは炭素数1～12であり、ヘテロ原子としては、例えば窒素原子、酸素原子、硫黄原子、具体的には例えばイミダゾリル、ピリジル、キノリル、フリル、チエニル、ピペリジル、モルホリノ、ベンズオキサゾリル、ベンズイミダゾリル、ベンズチアゾリル、カルバゾリルなどが挙げられる。）、シリル基（好ましくは炭素数3～40、より好ましくは炭素数3～30、特に好ましくは炭素数3～24であり、例えばトリメチルシリル、トリフェニルシリルなどが挙げられる。）などが挙げられる。これらの置換基は更に置換されてもよい。

【0042】前記一般式K-I中、 R^1 は水素原子、アルキル基、アリール基またはヘテロアリール基であるのが好ましく、水素原子であるのがより好ましい。前記一般式K-I中、 R^2 は水素原子、アルキル基、アリール基、ヘテロアリール基またはフッ素原子であるのが好ましく、水素原子またはフッ素原子であるのがより好ましく、フッ素原子であるのがさらに好ましい。

【0043】前記一般式K-I中、 $R^3 \sim R^6$ は各々独立に、水素原子または置換基を表す。置換基が結合して環構造を形成してもよい。置換基としては前記 R^1 の基が挙げられる。前記一般式K-I中、 R^3 は水素原子、アルキル基、置換もしくは無置換のアミノ基、またはアルコキシ基であるのが好ましく、水素原子、アルキル基、またはアルコキシ基であるのがより好ましく、水素原子であるのが特に好ましい。前記一般式K-I中、 R^4 、 R^5 および R^6 は夫々、水素原子またはアルキル基であるのが好ましく、水素原子であるのがより好ましい。

【0044】次に、一般式K-IIについて説明する。一般式K-II中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 及び R^6 は、それぞれ前記一般式K-Iにおける R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 及び R^6 と同義であり、好ましい範囲も同じである。

【0045】一般式K-II中、 L^1 は配位子を表し、配位子としては、例えば、「Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds」Springer-Verlag社 H. Yersin 著 1987年発行、「有機金属化学—基礎と応用—」裳華房社 山本明夫著 1982年発行 等に記載の配位子が挙げられ、好ましくは、ハロゲン配位子（好ましくは塩素配位子）、含窒素ヘテロ環配位子（例えばフェニルピリジン、ベンゾキノリン、キノリノール、ピペリジル、フェナントリンなど）、ジケトン配位子、カルボン酸配位子であり、より好ましくは含窒素ヘテロ環配位子、ジケトン配位子である。

【0046】 n^1 は1～3の整数を表し、より好ましくは1または2である。 n^2 は0～4の整数を表し、より好ましくは0または1である。

【0047】次に、一般式K-IIIについて説明する。一般式K-III中、 R^1 および R^2 は各々独立に、水素原子または置換基を表す。置換基としては前記一般式K-Iにおける R^1 の基が挙げられる。 R^3 は好ましくは水素原子、アルキル基、アリール基、ヘテロアリール基であり、より好ましくは水素原子である。 R^4 は好ましくは水素原子、アルキル基、アリール基、ヘテロアリール基、フッ素原子であり、より好ましくは水素原子、フッ素原子であり、さらに好ましくは水素原子である。

【0048】一般式K-III中、 $R^5 \sim R^8$ は各々独立に、水素原子または置換基を表す。置換基が結合して環構造を形成してもよい。置換基としては前記一般式K-Iにおける R^1 の基が挙げられる。 R^5 は好ましくは水素原子、アルキル基、置換もしくは無置換のアミノ基、アルコキシ基であり、より好ましくは水素原子、アルキル基、アルコキシ基であり、更に好ましくは水素原子である。 R^6 、 R^7 および R^8 は、好ましくは水素原子、アルキル基であり、より好ましくは水素原子である。

【0049】次に、一般式K-IVについて説明する。一般式K-IV中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 および R^6 は、それぞれ前記一般式K-IIIにおける R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 および R^6 と同義であり、好ましい範囲も同じである。 L^1 は前記一般式K-IIにおける L^1 と同義であり、好ましい範囲も同じである。 n^1 は1～3の整数を表し、好ましくは1または2である。 n^2 は0～4の整数を表し、0または1が好ましい。

【0050】次に、一般式K-Vについて説明する。一般式K-V中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 L^1 、 n^1 および n^2 は、それぞれ前記一般式K-IIIにおける R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 L^1 、 n^1 および n^2 と同義であり、好ましい範囲も同じである。

【0051】次に、一般式K-VIについて説明する。一般式K-VI中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 L^1 、 n^1 および n^2 は、それぞれ前記一般式K-IVにおける R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 L^1 、 n^1 および n^2 と同義であり、好ましい範囲も同じである。

【0052】尚、前記イリジウム化合物は、いわゆる低分子化合物であっても、また前記一般式K-0で表される部分構造を有する繰返し単位を含む、いわゆるオリゴマー化合物およびポリマー化合物（質量平均分子量（ポリスチレン換算）は好ましくは1000～5000000、より好ましくは2000～10000000、さらに好ましくは3000～10000000である。）であってもよい。中でも、前記イリジウム化合物は低分子化合物であるのが好ましい。

【0053】以下に、前記一般式K-0で表される部分構造を有するイリジウム化合物の化合物例（K-1～K-25）を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。

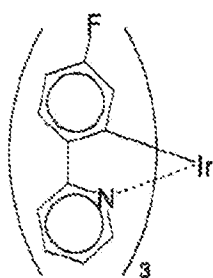
【0054】

15

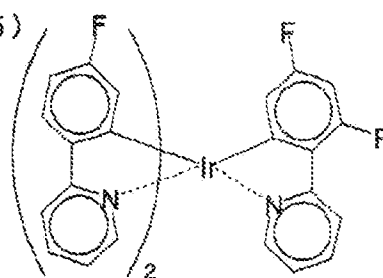
16

【化14】

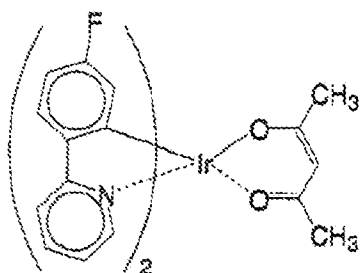
(K-1)



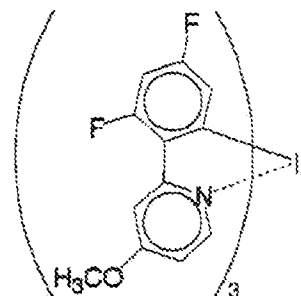
(K-5)



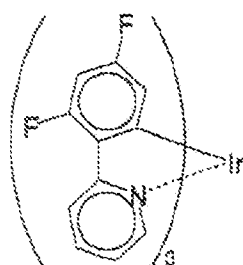
(K-2)



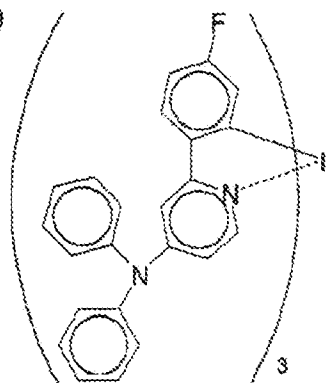
(K-6)



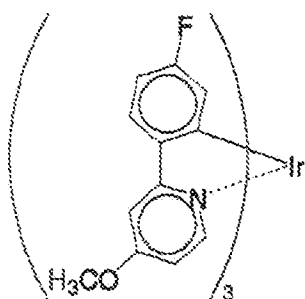
(K-3)



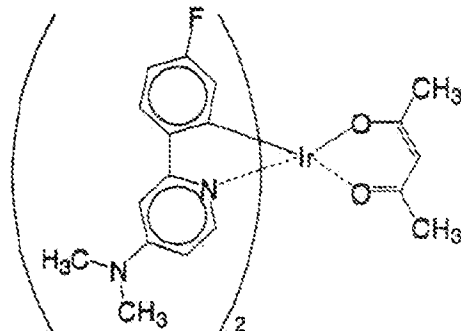
(K-7)



(K-4)



(K-8)

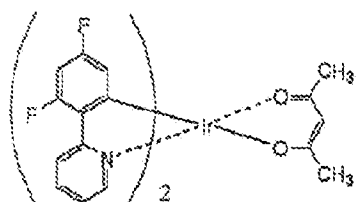


【0055】

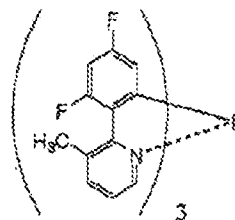
【化15】

17

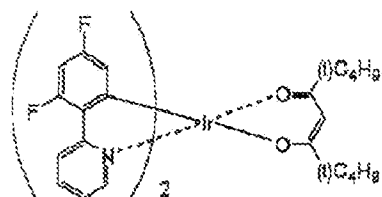
(K-8)



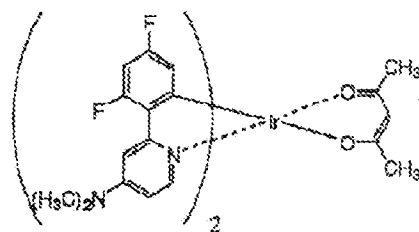
(K-14)



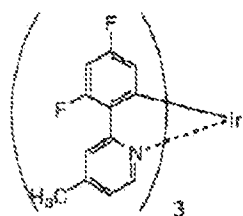
(K-10)



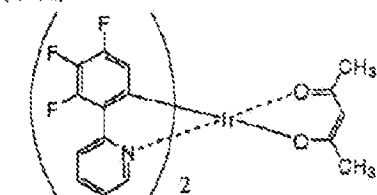
(K-15)



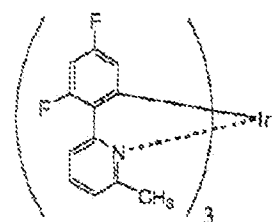
(K-11)



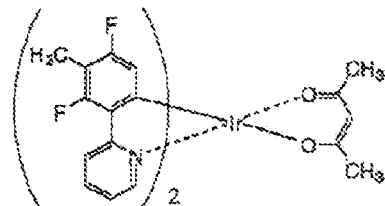
(K-16)



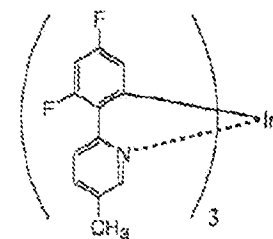
(K-12)



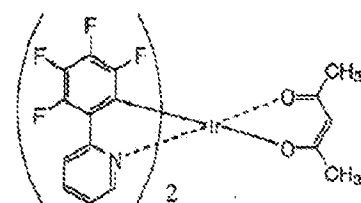
(K-17)



(K-13)



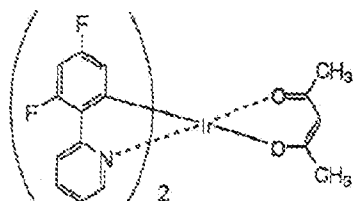
(K-18)



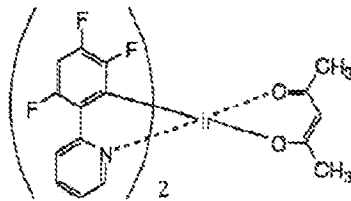
【0056】

【化16】

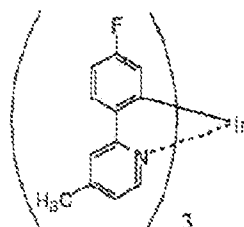
(K-19)



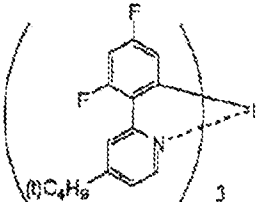
(K-24)



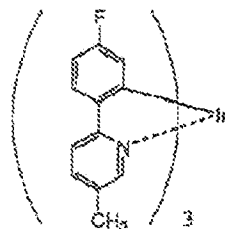
(K-20)



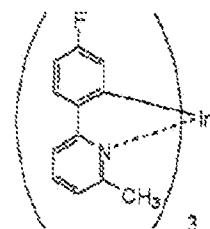
(K-25)



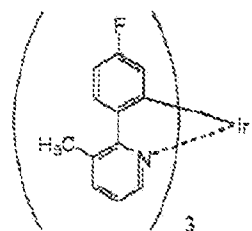
(K-21)



(K-22)



(K-23)



【0057】前記一般式K-Iで表される部分構造を有する化合物は、種々の手法で合成することができる。例えば、種々の配位子またはその解離体とイリジウム化合物とを、溶媒（例えば、ハロゲン系溶媒、アルコール系溶媒、エーテル系溶媒、水などが挙げられる）の存在下もしくは溶媒非存在下、塩基の存在下（無機、有機の種々の塩基、例えば、ナトリウムメトキシライド、テートキンカリウム、トリエチルアミン、炭酸カリウムなどが挙げられる）もしくは塩基非存在下、室温以下もしくは加熱して（通常の加熱以外にもマイクロウェーブで加熱

する手法も有効である）、合成することができる。出発原料としては、例えば、イリジウムクロライド (II I)、トリスアセチルアセトナトイリジウム (III)、ポタシウムヘキサクロロイリデート (III)、ポタシウムヘキサクロロイリデート (IV) 及びその類縁体を用いることができる。

【0058】尚、前記一般式K-IIで表されるイリジウム錯体および前記一般式K-IVで表されるイリジウム錯体は、発光素子の材料として利用できる他、医療用途、蛍光増白剤、写真用材料、UV吸収材料、レーザー

色素、カラーフィルター用染料、色変換フィルター等にも使用可能である。

【0059】本発明の発光素子の別の形態は、陽極および陰極からなる一対の電極間に、発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物層を有する発光素子において、これらの層の少なくとも一層に、前記イリジウム化合物の少なくとも1種を含む発光素子である。前記イリジウム化合物は、高効率で青色発光する特性を有するので、発光層に含有させることによって、発光素子の発光効率を向上させることができる。また、前記イリジウム化合物は、良好な電荷輸送性能を有するので、電荷輸送層に含有させた場合も、発光素子の発光効率を向上させることができる。その結果、発光時の消費エネルギーを軽減できるとともに、高輝度の青色発光を長時間発光可能な発光素子を提供することができる。

【0060】前記発光素子は、前記電極間に発光層の他、正孔注入層、正孔輸送層、電子注入層、電子輸送層および保護層などを有してもよく、またこれらの各層はそれぞれ他の機能を備えたものであってもよい。前記発光素子には、陰極と発光層との間にイオン化ポテンシャル5.9 eV以上（より好ましくは6.0 eV以上7.0 eV以下）の化合物を含有する層を配置するのが好ましく、イオン化ポテンシャル5.9 eV以上の電子輸送層を配置するのがより好ましい。各層の形成にはそれぞれ種々の材料を用いることができる。前記発光素子において、前記イリジウム化合物は、発光層に発光材料として含有させることができるのはもちろん、電荷輸送層に含有させることもできる。

【0061】前記イリジウム化合物を含有する層の形成方法としては、特に限定されるものではないが、真空蒸着法、LB法、抵抗加熱蒸着法、電子ビーム法、スパッタリング法、分子積層法、コーティング法（スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など）、インクジェット法、印刷法などの種々の方法を利用することができる。特性面、製造面で抵抗加熱蒸着、コーティング法が好ましい。特にコーティング法は、ディスプレイ用途等の大面積化が必要な用途に供する場合に、製造コストが軽減できる点で有利である。

【0062】前記コーティング法では、前記イリジウム化合物を溶媒に溶解して塗布液を調製し、該塗布液を所望の層（あるいは電極）上に、塗布・乾燥することによって形成することができる。塗布液中には樹脂を含有させてもよく、樹脂は溶媒に溶解状態とすることも、分散状態とすることもできる。前記樹脂としては、非共役系高分子（例えば、ポリビニルカルバゾール）および共役系高分子（例えば、ポリオレフィン系高分子）を使用することができる。より具体的には、例えば、ポリ塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリエステル、ポリスルホン、ポリフェニレンオキシド、ポリブタ

ジエン、ポリ（N-ビニルカルバゾール）、炭化水素樹脂、ケトン樹脂、フェノキシ樹脂、ポリアミド、エチルセルロース、酢酸ビニル、ABS樹脂、ポリウレタン、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂などが挙げられる。

【0063】前記陽極は正孔注入層、正孔輸送層、発光層などに正孔を供給するものであり、金属、合金、金属酸化物、電気伝導性化合物、またはこれらの混合物などを用いることができ、好ましくは仕事関数が4 eV以上の材料である。具体例としては酸化スズ、酸化亜鉛、酸化インジウム、酸化インジウムスズ（ITO）等の導電性金属酸化物、あるいは金、銀、クロム、ニッケル等の金属、さらにこれらの金属と導電性金属酸化物との混合物または積層物、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリアニリン、ポリチオフェン、ポリピロールなどの有機導電性材料、およびこれらとITOとの積層物などが挙げられ、好ましくは、導電性金属酸化物であり、特に、生産性、高導電性、透明性等の点からITOが好ましい。陽極の膜厚は材料により適宜選択可能であるが、通常10 nm～5 μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは50 nm～1 μmであり、更に好ましくは100 nm～500 nmである。

【0064】前記陽極は通常、ソーダライムガラス、無アルカリガラス、透明樹脂基板などの上に層形成したものが用いられる。前記透明基板としてガラスを用いる場合、その材質については、ガラスからの溶出イオンを少なくするため、無アルカリガラスを用いることが好ましい。また、ソーダライムガラスを用いる場合、シリカなどのバリアコートを施したものを使用することが好ましい。基板の厚みは、機械的強度を保つのに十分であれば特に制限はないが、ガラスを用いる場合には、通常0.2 mm以上、好ましくは0.7 mm以上のものを用いる。

【0065】前記陽極の作製には材料によって種々の方法が用いられるが、例えばITOの場合、電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、化学反応法（ゾルゲル法など）、酸化インジウムスズの分散物の塗布などの方法で膜形成される。陽極に洗浄またはその他の処理を施すことにより、発光素子の駆動電圧を下げたり、発光効率を高めることができる。例えばITOの場合、UV-オゾン処理、プラズマ処理などが効果的である。

【0066】前記陰極は電子注入層、電子輸送層、発光層などに電子を供給するものであり、電子注入層、電子輸送層、発光層などの負極と隣接する層との密着性やイオン化ポテンシャル、安定性等を考慮して選ばれる。陰極の材料としては金属、合金、金属ハロゲン化合物、金属酸化物、電気伝導性化合物、またはこれらの混合物を用いることができ、具体例としてはアルカリ金属（例えばLi、Na、K等）及びそのフッ化物または酸化物、ア

ルカリ土類金属（例えばMg、Ca等）及びそのフッ化物または酸化物、金、銀、鉛、アルミニウム、ナトリウム-カリウム合金またはそれらの混合金属、リチウム-アルミニウム合金またはそれらの混合金属、マグネシウム-銀合金またはそれらの混合金属、インジウム、イッテリウム等の希土類金属等が挙げられる。好ましくは仕事関数が4 eV以下の材料であり、より好ましくはアルミニウム、リチウム-アルミニウム合金またはそれらの混合金属、マグネシウム-銀合金またはそれらの混合金属等である。前記陰極は、上記化合物及び混合物の単層構造であってもよいし、上記化合物及び混合物を含む積層構造であってもよい。例えば、アルミニウム/フッ化リチウム、アルミニウム/酸化リチウムの積層構造が好ましい。陰極の膜厚は材料により適宜選択可能であるが、通常10 nm～5 μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは50 nm～1 μmであり、更に好ましくは100 nm～1 μmである。

【0067】前記陰極の作製には電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、コーティング法などの方法が用いられ、金属を単体で蒸着することも、二成分以上を同時に蒸着することもできる。さらに、複数の金属を同時に蒸着して合金電極を形成することも可能であり、またあらかじめ調製した合金を蒸着させてもよい。尚、前記陽極及び前記陰極のシート抵抗は低い方が好ましく、数百Ω/□以下であるのが好ましい。

【0068】前記発光層の材料は、電界印加時に陽極または正孔注入層、正孔輸送層から正孔を注入することができると共に陰極または電子注入層、電子輸送層から電子を注入することができる機能や、注入された電荷を移動させる機能、正孔と電子の再結合の場を提供して発光させる機能を有する層を形成できるものであればいずれでもよい。前記発光層は、前記イリジウム化合物を発光材料として含有すると、高効率での青色発光が可能となるので好ましい。但し、前記イリジウム化合物が発光層以外の有機化合物層に含有される場合は、他の発光材料を用いることができる。前記他の発光材料としては、例えば、ベンゾオキサゾール誘導体、ベンゾイミダゾール誘導体、ベンゾチアゾール誘導体、スチリルベンゼン誘導体、ポリフェニル誘導体、ジフェニルブタジエン誘導体、テトラフェニルブタジエン誘導体、ナフタルイミド誘導体、クマリン誘導体、ペリレン誘導体、ペリノン誘導体、オキサジアゾール誘導体、アルダジン誘導体、ピラジン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、ビススチリルアントラセン誘導体、キナクリドン誘導体、ピロロピリジン誘導体、チアジアゾロピリジン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、スチリルアミン誘導体、芳香族ジメチリデン化合物、8-キノリノール誘導体の金属錯体や希土類錯体に代表される各種金属錯体等、ポリチオフェン、ポリフェニレン、ポリフェニレンビニレン等のポリマー化合物、有機シラン誘導体等が挙げられる。発

光層には、前記イリジウム化合物とともに、前記他の発光材料のいずれかを併用してもよい。

【0069】前記発光層には前記イリジウム化合物とともに、前記イリジウム化合物をゲスト材料とするホスト材料を含有させてもよい。前記ホスト材料としては、例えば、カルバゾール骨格を有するもの、ジアリールアミン骨格を有するもの、ピリジン骨格を有するもの、ピラジン骨格を有するもの、トリアジン骨格を有するものおよびアリアルンラン骨格を有するもの等が挙げられる。前記ホスト材料のT₁（最低三重項励起状態のエネルギーレベル）は、ゲスト材料のT₁レベルより大きいことが好ましい。前記ホスト材料は低分子化合物であっても、高分子化合物であってもよい。前記ホスト材料と前記イリジウム化合物等の発光材料とを共蒸着等することによって、前記発光材料が前記ホスト材料にドーピングされた発光層を形成することができる。

【0070】前記発光層の膜厚は特に限定されるものではないが、通常、1 nm～5 μmであるのが好ましく、5 nm～1 μmであるのがより好ましく、10 nm～500 nmであるのが更に好ましい。

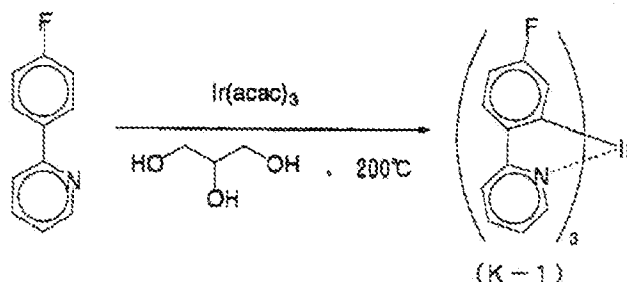
【0071】前記発光層の形成方法は、特に限定されるものではないが、抵抗加熱蒸着、電子ビーム、スパッタリング、分子積層法、コーティング法（スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など）、インクジェット法、印刷法、LB法などの方法が用いられ、好ましくは抵抗加熱蒸着、コーティング法である。

【0072】前記正孔注入層および前記正孔輸送層の材料としては、陽極から正孔を注入する機能、正孔を輸送する機能、陰極から注入された電子を障壁する機能のいずれか有しているものであればよい。その具体例としては、カルバゾール誘導体、トリアゾール誘導体、オキサゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、ボリアリールアルカン誘導体、ピラゾリン誘導体、ピラズロン誘導体、フェニレンジアミン誘導体、アリールアミン誘導体、アミノ置換カルコン誘導体、スチリルアントラセン誘導体、フルオレノン誘導体、ヒドラゾン誘導体、スチルベン誘導体、シラゼン誘導体、芳香族第三級アミン化合物、スチリルアミン化合物、芳香族ジメチリデン系化合物、ポルフィリン系化合物、ポリシラン系化合物、ポリ（N-ビニルカルバゾール）誘導体、アニリン系共重合体、チオフェンオリゴマー、ポリチオフェン等の導電性高分子オリゴマー、有機シラン誘導体、前記イリジウム化合物等が挙げられる。前記正孔注入層および前記正孔輸送層の膜厚としては、特に限定されるものではないが、通常1 nm～5 μmであるのが好ましく、5 nm～1 μmであるのがより好ましく、10 nm～500 nmであるのが更に好ましい。また、前記正孔注入層および前記正孔輸送層は上述した材料の1種または2種以上からなる単層構造であってもよいし、同一組成または異種組成の複数層からなる多層構造であ

ってもよい。前記正孔注入層および前記正孔輸送層の形成方法には、前記イリジウム化合物を含有する層の形成方法で例示したのと同様の方法が利用できる。

【0073】前記電子注入層および前記電子輸送層の材料は、陰極から電子を注入する機能、電子を輸送する機能、陽極から注入された正孔を障壁する機能のいずれか有しているものであればよい。その具体例としては、トリアゾール誘導体、オキサゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、フルオレノン誘導体、アントラキノジメタン誘導体、アントロン誘導体、ジフェニルキノロン誘導体、チオピランジオキソ誘導体、カルボジイミド誘導体、フルオレニリデンメタン誘導体、ジスチリルピラジン誘導体、ナフタレン、ペリレン等の芳香環テトラカルボン酸無水物、フタロシアニン誘導体、8-キノリノール誘導体の金属錯体やメタルフタロシアニン、ベンゾオキサゾールやベンゾチアゾールを配位子とする金属錯体に代表される各種金属錯体、有機シラン誘導体、および前記イリジウム化合物等が挙げられる。前記電子注入層および前記電子輸送層の膜厚は特に限定されるものではないが、通常1nm〜5μmであるのが好ましく、5nm〜1μmであるのがより好ましく、10nm〜500nmであるのが更に好ましい。前記電子注入層および前記電子輸送層は上述した材料の1種または2種以上からなる単層構造であってもよいし、同一組成または異種組成の複数層からなる多層構造であってもよい。また、前記電子注入層および前記電子輸送層の形成方法としては、前記イリジウム化合物を含有する層の形成方法で例示したのと同様の方法が利用できる。

【0074】前記保護層の材料としては、水分や酸素等の素子劣化を促進するものが素子内に入ることを抑止する機能を有しているものであればよい。その具体例としては、In、Sn、Pb、Au、Cu、Ag、Al、Ti、Ni等の金属、MgO、SiO、SiO₂、Al₂O₃、GeO、NiO、CaO、BaO、Fe₂O₃、Y₂O₃、TiO₂等の金属酸化物、SiN_x、Si₃N₄、O₂等の金属窒化物、MgF₂、LiF、AlF₃、CaF₂等の*



【0078】〔合成例2〕

(化合物例K-3の合成) 2-(2,4-ジフルオロフェニル)ーピリジン 3.0g、トリスアセチルアセトナトイリジウム(III) 1.3g、およびグリセロール 50mlを混合し、窒素気流下、200℃で4時間攪

* 金属フッ化物、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメチルメタクリレート、ポリイミド、ポリウレア、ポリテトラフルオロエチレン、ポリクロトリフルオロエチレン、ポリジクロロジフルオロエチレン、クロトリフルオロエチレンとジクロロジフルオロエチレンとの共重合体、テトラフルオロエチレンと少なくとも1種のコモノマーとを含むモノマー混合物を共重合させて得られる共重合体、共重合主鎖に環状構造を有する含フッ素共重合体、吸水率1%以上の吸水性物質、吸水率0.1%以下の防湿性物質等が挙げられる。前記保護層の形成方法についても特に限定はなく、前記イリジウム化合物を含有する層の形成方法で例示したのと同様の方法が利用できる。

【0075】本発明の発光素子は、表示素子、ディスプレイ、バックライト、電子写真、照明光源、記録光源、露光光源、読み取り光源、標識、看板、インテリア、光通信等の広い分野の用途に供することができる。

【0076】

【実施例】以下に、本発明の実施例を説明するが、本発明は以下の実施例になんら限定されるものではない。

〔合成例1〕

(化合物例K-1の合成) 2-(4-フルオロフェニル)ーピリジン 1.77g、トリスアセチルアセトナトイリジウム(III) 0.5gおよびグリセロール 30mlを混合し、窒素気流下、200℃で4時間攪拌した。室温まで冷却した後、メタノール 200mlを加え、析出している固体を濾別した。シリカゲルカラムクロマトグラフィー(クロロホルム)で精製し、淡黄色固体 0.5gを得た。NMRを測定したところ、得られた化合物は化合物例K-1であることが確認された。得られた化合物例K-1について、酸素脱気下、りん光量子収率を測定したところ(トルエン溶媒、5.0×10⁻⁶mol/L)90%であった。また、りん光の発光極大波長λ_{max}は477nmであった。

【0077】

〔化17〕

拌した。室温に冷却した後、メタノール200mlを加え、析出している固体を濾別した。シリカゲルカラムクロマトグラフィー(クロロホルム)で精製し、淡黄色固体 0.8gを得た。NMRを測定したところ、得られた化合物は化合物例K-3であることが確認された。得

27

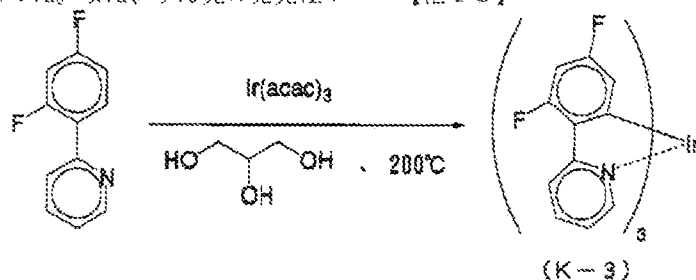
28

られた化合物例K-3について、酸素脱気下、りん光量子収率を測定したところ（トルエン溶媒、 5.0×10^{-5} mol/L）70%であった。また、りん光の発光極*

*大波長 λ_{\max} は470nmであった。

【0079】

【化18】



【0080】【合成例3】

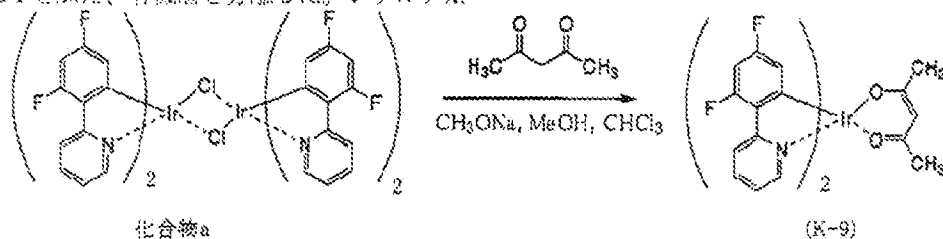
（化合物例K-9の合成）化合物a 0.2g、アセチルアセトン 0.07mlにクロロホルム 10mlを加え、この溶液に、ナトリウムメトキシのメタノール溶液（28質量%）を0.13ml加え、還流下6時間撹拌した。室温に冷却した後、クロロホルム 50ml、水 50mlを加え、有機層を分離した。シリカゲル※

※ルカラムクロマトグラフィー（クロロホルム）で精製

し、淡黄色固体 0.1gを得た。NMRを測定したところ、得られた化合物は化合物例K-9であることが確認された。

【0081】

【化19】



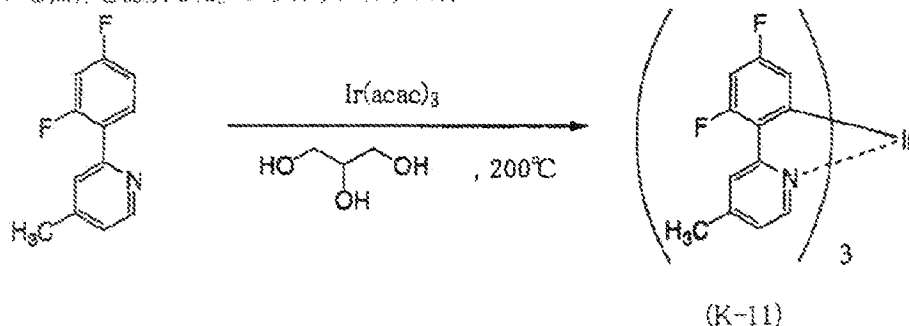
【0082】【合成例4】

（化合物例K-11の合成）2-（2,4-ジフルオロフェニル）-4-メチルピリジン 1.0g、トリスアセチルアセトナトリウム（III） 0.4g、グリセロール 30mlを混合し、窒素気流下、200℃で4時間撹拌した。室温に冷却した後、水 200mlを加え、析出している固体を濾別した。シリカゲルカラム★

★クロマトグラフィー（クロロホルム）で精製し、淡黄色固体 0.2gを得た。NMRを測定したところ、得られた化合物は化合物例K-11であることが確認された。

【0083】

【化20】



【0084】【比較例1】洗浄したITO基板を蒸着装置内に格納し、 α -NPD（N,N'-ジフェニル-N,N'-ジ（ α -ナフチル）-ベンジジン）を40nm蒸着し、その上に、下記に示す化合物Aおよび化合物Bを（質量比10:1）の比率で24nm共蒸着し、さらにその上に、化合物Eを24nm蒸着し、有機薄膜を形成した。この有機薄膜上にバクーニングしたマスク

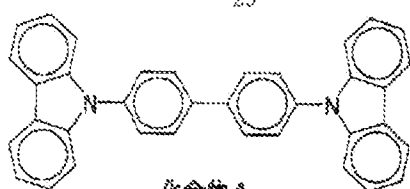
（発光面積が4mm×5mmとなるマスク）を設置し、蒸着装置内でマグネシウム：銀=10:1を50nm共

蒸着した後、銀50nmを蒸着し、有機EL素子を作製した。尚、化合物Bについて、化合物例K-1と同一条件下でりん光量子収率を測定したところ、りん光量子収率は70%であり、りん光の発光極大波長 λ_{\max} は507nmであった。

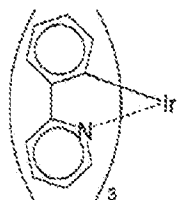
【0085】

【化21】

29



化合物A

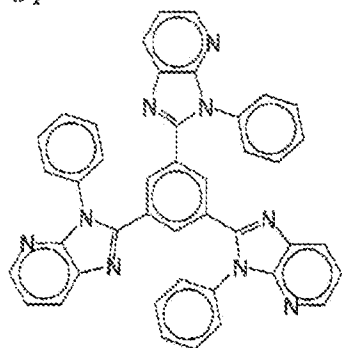


化合物B

(Applied Physics Letters
vol. 75, No. 5, July 1999に記載)

【0086】

【化22】



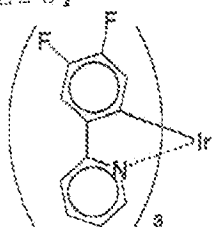
化合物E

【0087】得られた有機EL素子について、東陽テクニカ製ソースメジャーユニット2400型を用いて、直流定電圧を印加し発光させ、その輝度をトプコン社の輝度計BM-8を用いて、および発光波長を浜松フォトニクス社製スペクトルアナライザーPMA-11を用いて測定した。その結果、発光波長 λ_{max} が516nm、CIE色度値(x, y) = (0.29, 0.62)である緑色発光が得られ、その外部量子効率

【0088】【比較例2】比較例1において、化合物Bの代わりに下記に示す化合物Cを用い、比較例1と同様に有機EL素子を作製し、評価した。その結果、発光極大波長 λ_{max} が505nm、CIE色度値(x, y) = (0.27, 0.57)である緑色発光が得られ、外部量子効率は3.3%であった。

【0089】

【化23】



化合物C

Polymer Preprints 2000,
41 (1), 770に記載

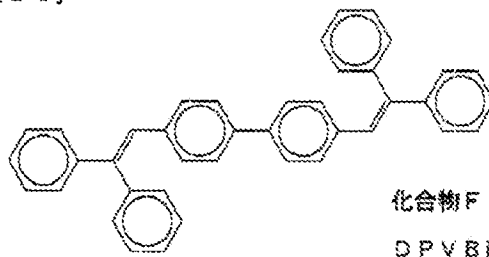
30

【0090】比較例1および2の結果から明らかな様に、公知のオルトメタル化イリジウム錯体を含有する有機EL素子では、緑色発光しか得られなかった。

【0091】【比較例3】洗浄したITO基板を蒸着装置に入れ、 α -NPD (N, N'-ジフェニル-N, N'-ジ(α -ナフチル)-ベンジジン) を40nm蒸着し、その上に、下記に示す化合物F (DPVB1) を20nm蒸着し、さらにその上に、前記化合物Eを40nm蒸着し、その後、比較例1と同様に陰極を蒸着し、有機EL素子を作製した。得られた有機EL素子について、実施例1と同様に、直流定電圧を印加し発光させたところ、CIE色度値(x, y) = (0.15, 0.20)の青色発光が得られたが、外部量子効率は1.2%と低かった。この様に公知の青色発光素子では、外部量子効率が低く、5%をはるかに下回るものであった。

【0092】

【化24】



化合物F

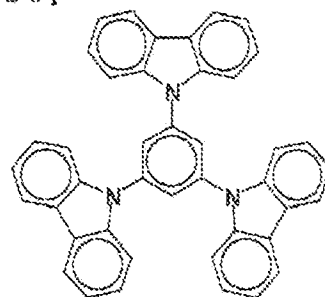
DPVB1

【0093】【実施例1】比較例1において、化合物Bの代わりに化合物例K-1を使用し、比較例1と同様に有機EL素子を作製し、評価した。その結果、発光極大波長 λ_{max} が486nm、CIE色度値(x, y) = (0.18, 0.49)である青色発光が得られ、外部量子効率は5.8%であった。

【0094】【実施例2】比較例1において、化合物Bの代わりに化合物例K-1を使用し、化合物Aの代わりに化合物Dを用い、比較例1と同様に有機EL素子を作製し、評価した。その結果、発光極大波長 λ_{max} が487nm、CIE色度値(x, y) = (0.22, 0.53)である青色発光が得られ、外部量子効率は10.5%であった。

【0095】

【化25】



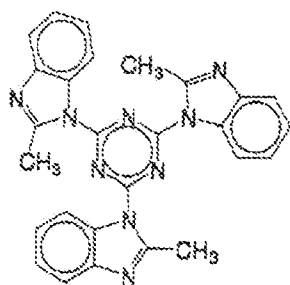
化合物D

【0096】【実施例3】洗浄したITO基板を蒸着装置に入れ、TPD (N, N'-ジフェニル-N, N'-ジ(m-トリル)-ベンジジン) を50nm蒸着し、そ

の上に化合物例K-1および上記化合物Dを（質量比 1 : 1.7）の比率で36nm共蒸着し、さらにその上に、上記化合物Gを36nm蒸着し、有機薄膜を形成した。この有機薄膜上にパターニングしたマスク（発光面積が4mm×5mmとなるマスク）を設置し、蒸着装置内でフッ化リチウムを3nm蒸着した後、アルミニウムを40nm蒸着し、有機EL素子を作製した。その結果、発光極大波長 λ_{max} が485nm、CIE色度値（x, y）=（0.19, 0.51）である青色発光が得られ、外部量子効率率は19.1%であった。

【0097】

【化26】



化合物G

【0098】【実施例4】実施例3において、化合物例K-1の代わりに化合物例K-3を用い、実施例3と同様に有機EL素子を作製し、評価した。その結果、発光*

* 極大波長 λ_{max} が473nm、CIE色度値（x, y）=（0.15, 0.37）の青色発光が得られ、外部量子効率率は12.9%であった。

【0099】【実施例5】実施例3において、化合物例K-1の代わりに化合物例K-9を用い、実施例3と同様に有機EL素子を作製し、評価した。その結果、発光極大波長 λ_{max} が480nm、CIE色度値（x, y）=（0.20, 0.52）の青色発光が得られ、外部量子効率率は11.4%であった。

10 【0100】同様に、本発明の化合物を含有するEL素子を作製・評価することにより、高効率青色発光EL素子が作製できる。また、非共役系高分子（例えば、ポリビニルカルバゾール）、共役系高分子（例えばポリフルオレン系化合物）などを含有する塗布型の高効率青色発光素子も作製できる。

【0101】

【発明の効果】以上、説明した様に、本発明の発光素子は、従来の青色発光素子と比較して、高い効率での青色発光が可能であり、表示素子として用いた場合に、消費電力を大幅に下げることができるとともに、大面積化および長時間使用が可能である。また、本発明の青色発光素子を基本とし、赤～橙色発光材料、赤～橙色発光素子を組み合わせることにより、高効率白色発光素子も作製できる。また、本発明によれば、高効率に青色発光するイリジウム錯体を提供することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 富下 陽介
神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真
フイルム株式会社内

(72)発明者 藤村 秀俊
神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真
フイルム株式会社内

(72)発明者 岡田 久
神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真
フイルム株式会社内

(72)発明者 三島 雅之
神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真
フイルム株式会社内

(72)発明者 邱 雪鵬
神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真
フイルム株式会社内

Fターム(参考) 3K007 AB02 AB03 AB04 AB05 AB13
BB05 CA01 CA05 CB01 DA00
DB03 EB00 FA01
4C055 AA01 BA02 BA08 BA13 BB14
CA01 DA01
4H050 AA01 AA03 AB92 WB11 WB13
WB14 WB21

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第7部門第2区分

【発行日】平成18年6月1日(2006.6.1)

【公開番号】特開2002-117978(P2002-117978A)

【公開日】平成14年4月19日(2002.4.19)

【出願番号】特願2001-189539(P2001-189539)

【国際特許分類】

H 0 1 L 51/50 (2006.01)

C 0 7 D 213/61 (2006.01)

C 0 9 K 11/06 (2006.01)

H 0 5 B 33/10 (2006.01)

C 0 7 F 15/00 (2006.01)

【F I】

H 0 5 B 33/14 B

C 0 7 D 213/61

C 0 9 K 11/06 6 6 0

H 0 5 B 33/10

C 0 7 F 15/00 E

【手続補正書】

【提出日】平成18年4月10日(2006.4.10)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0096

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0096】

〔実施例3〕

洗浄したITO基板を蒸着装置に入れ、TPD (N, N'-ジフェニル-N, N'-ジ(m-トリル)-ベンジジン) を50 nm蒸着し、その上に化合物例K-1および上記化合物Dを(質量比1:17)の比率で36 nm共蒸着し、さらにその上に、次に示す化合物Gを36 nm蒸着し、有機薄膜を形成した。この有機薄膜上にパターニングしたマスク(発光面積が4 mm×5 mmとなるマスク)を設置し、蒸着装置内でフッ化リチウムを3 nm蒸着した後、アルミニウムを40 nm蒸着し、有機EL素子を作製した。その結果、発光極大波長 λ_{max} が485 nm、CIE色度値(x, y)=(0.19, 0.51)である青色発光が得られ、外部量子効率は19.1%であった。